(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平9-271387

(43)公開日 平成9年(1997)10月21日

| (51) Int.Cl. ⁶ | | 識別記号 | 庁内整理番号 | FΙ | | 技術表示箇所 |
|---------------------------|-------|------|--------|---------|-------|--------|
| C12P | 7/62 | | | C12P | 7/62 | |
| C07H | 13/06 | | | . C07H | 13/06 | |
| C 1 2 P | 19/44 | | | C 1 2 P | 19/44 | |

審査請求 未請求 請求項の数6 OL (全 6 頁)

| (21)出願番号 | 特顧平8-82398 | (71)出題人 000006769 |
|----------|-------------------|------------------------|
| | | ライオン株式会社 |
| (22)出顧日 | 平成8年(1996)4月4日 | 東京都墨田区本所1丁目3番7号 |
| | | (72)発明者 小林 哲夫 |
| | | 東京都墨田区本所1丁目3番7号 ライオ |
| | | ン株式会社内 |
| | | (72)発明者 伊藤 裕 |
| | | 東京都墨田区本所1丁目3番7号 ライオ |
| | | ン株式会社内 |
| | | (72)発明者 小柳津 敬久 |
| | | 東京都墨田区本所1丁目3番7号 ライオ |
| | | ン株式会社内 |
| | • | (74)代理人 弁理士 中村 稔 (外7名) |
| | | 最終頁に続く |
| | | |

(54) 【発明の名称】 糖脂肪酸エステルの製造方法

(57)【要約】

【課題】 リバーゼを用いた連続反応により、安定的にかつ高い反応率で糖脂肪酸エステルを製造できる方法を 提供する。

【解決手段】 炭素原子数6~22個の飽和及び不飽和脂肪酸、該脂肪酸と炭素原子数1~3個の低級アルコールとのエステルからなる群より選ばれる少なくとも1種の脂肪酸化合物、並びに炭素原子数5~7個の単糖類、該単糖類のアルキルグリコシド、ヘキソース又はペントースからなる二糖類、該二糖類のアルキルグリコシド、炭素原子数4~12個の糖アルコール、及び該糖アルコールの誘導体からなる群より選ばれる少なくとも1種の糖類を、減圧下で、水分含有量が500~5,000ppの有機溶媒系中において、中性耐熱性固定化リバーゼを用いて反応させることを特徴とする糖脂肪酸エステルの製造方法。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 炭素原子数6~22個の飽和及び不飽和脂肪酸、該脂肪酸と炭素原子数1~3個の低級アルコールとのエステルからなる群より選ばれる少なくとも1種の脂肪酸化合物、並びに炭素原子数5~7個の単糖類、該単糖類のアルキルグリコシド、ヘキソース又はペントースからなる二糖類、該二糖類のアルキルグリコシド、炭素原子数4~12個の糖アルコール、及び該糖アルコールの誘導体からなる群より選ばれる少なくとも1種の糖類を、減圧下で、水分含有量が500~5,000ppmの有機溶媒系中において、中性耐熱性固定化リパーゼを用いて反応させることを特徴とする糖脂肪酸エステルの製造方法。

【請求項2】 糖類を水溶液で供給する請求項1記載の エステルの製造方法。

【請求項3】 20℃における水の溶解度が1%以上、 15%未満であり、沸点が100℃以上である有機溶媒 を用いる請求項1記載のエステルの製造方法。

【請求項4】 反応系内の圧力を、エステル反応温度における有機溶媒の蒸気圧より10mmlg高い圧力以下とす 20 る請求項1記載のエステルの製造方法。

【請求項5】 エステル反応温度が40℃~90℃である請求項1記載のエステルの製造方法。

【請求項6】 糖類の水溶液、脂肪酸化合物及び有機溶媒を、それぞれ単独で、又は混合して連続的に反応系内に供給する請求項1記載のエステルの製造方法。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明が属する技術分野】本発明は、リバーゼを用いた 連続反応により、糖脂肪酸エステルを製造する方法に関 30 する。

[0002]

【従来の技術】本来、油脂の加水分解酵素であるリパー ゼは、一方で水が存在しない条件下では逆反応を起こ し、エステル合成反応、及びエステル交換反応を触媒す る。このようなリパーゼの性質を利用して、無溶媒、あ るいは水をほとんど含まない有機溶媒の存在下でエステ ル合成、及びエステル交換反応を行い糖類の脂肪酸エス テルを製造する技術が開発されてきた (特開昭61-26819 2 号公報、特開昭62-10779号広報、J.Am. Chem. Soc., 第 40 108 巻,第5638頁(1986 年))。本件出願人もケトン系 溶媒とリパーゼを用いて糖類の脂肪酸エステルを製造す る方法を開発し、出願を行っている(特願平7-333191 号)。さらにこれを用いた連続反応方式を出願(特願平 8-35164 号) した。しかし、無溶媒、あるいは水をほと んど含まない有機溶媒の存在下で、リパーゼによるエス テル化反応を行うと、長期にわたる高い反応率を確保す ることが難しく、糖脂肪酸エステルを工業レベルで安価 かつ安定的に供給することが難しいという問題があっ た。

[0003]

【発明が解決しようとする課題】本発明はリパーゼを用いた反応により、安定的にかつ高い反応率で糖脂肪酸エステルを製造できる方法を提供する。

2

[0004]

【課題を解決するための手段】本発明者らが、無水に近い状態でリパーゼの活性発現が低下し易く、かつ長期にわたる高い反応率を確保することが困難であるという問題を検討した結果、酵素の活性発現、安定化には至適量の水分が必要であり、リパーゼを用いる糖脂肪酸エステルの合成反応系から必要な水分を奪うとリバーゼの安定性が損なわれ、活性が低下し、所望の反応率を確保することができないことを見出した。そして、このような問題点を解決するために研究を行った結果、特定の水分溶解性を有する有機溶媒に、所定量の水分を保持させ、そこでリパーゼを反応させることにより、リパーゼの活性低下を防ぎ、かつ長期にわたって高い反応率を確保出来るという知見を得た。

【0005】したがって、本発明は、炭素原子数6~2 2個の飽和及び不飽和脂肪酸、該脂肪酸と炭素原子数1 ~3個の低級アルコールとのエステルからなる群より選 ばれる少なくとも1種の脂肪酸化合物、並びに炭素原子 数5~7個の単糖類、該単糖類のアルキルグリコシド、 ヘキソース又はペントースからなる二糖類、該二糖類の アルキルグリコシド、炭素原子数4~12個の糖アルコー ル、及び該糖アルコールの誘導体からなる群より選ばれ る少なくとも1種の糖類を、減圧下で、水分含有量が5 00~5,000ppの有機溶媒系中において、中性耐熱 性固定化リパーゼを用いて反応させることを特徴とする 糖脂肪酸エステルの製造方法を提供する。特に、本発明 は、20℃における水の溶解度が1%以上、15%未満 であり、沸点が水の沸点以上、すなわち100℃以上で ある有機溶媒を用いることで減圧下効率よく水分を除去 し、しかも必要な水分量を維持し酵素を長時間にわたり 安定化することを可能とした糖脂肪酸エステルの製造方 法を提供するものである。以下、本発明を詳細に説明す る.

【0006】本発明で用いる脂肪酸化合物は、炭素原子数6~22個の飽和及び不飽和脂肪酸、該脂肪酸と炭素 40 原子数1~3個の低級アルコールとのエステルからなる 群より選ばれる少なくとも1種の脂肪酸化合物であり、 通常の油脂類中に存在するもの以外の有機酸をも含む。 この飽和及び不飽和脂肪酸の例を挙げると、カプロン酸、ソルビン酸、カプリル酸、カプリン酸、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、イソステアリン酸、オレイン酸、リノール酸、リノレイン酸、エイコサン酸、ドコサン酸、アラキドン酸などがあり、 置換基を有する例を挙げると、水酸基をもつリシノレイン酸、ジヒドロキシステアリン酸、カルボキシル基 50 をもつマロン酸、マレイン酸、コハク酸、グルタル酸、

アジピン酸、ピメリン酸、スペリン酸、アゼライン酸、 セバシン酸などがある。

【0007】また、前記脂肪酸を、メタノール、エタノ ール、及びプロパノールなどの炭素原子数1~3個の低 級アルコールと反応させたエステルを用いることができ る。このエステルの例を挙げると、カプロン酸メチル、 カプリル酸メチル、カプリン酸エチル、ラウリン酸メチ ル、ミリスチン酸メチル、パルミチン酸メチル、ステア リン酸メチル、オレイン酸メチル、カプロン酸エチル、 カプリル酸エチル、カプリン酸エチル、ラウリン酸エチ 10 ル、ミリスチン酸エチル、パルミチン酸エチル、ステア リン酸エチル、オレイン酸エチル、ラウリン酸プロピ ル、ミリスチン酸プロピル、パルミチン酸プロピル、ス テアリン酸プロピル、オレイン酸プロピルなどがある。 本発明では、これらの脂肪酸及びそのエステルを単独 で、又は2種以上を組合わせて用いることができる。 【0008】また、本発明で用いる糖類は炭素原子数5 ~7個の単糖類、該単糖類のアルキルグリコシド、ヘキ ソース又はペントースからなる二糖類、該二糖類のアル キルグリコシド、炭素原子数4~12個の糖アルコール、 及び該糖アルコールの誘導体からなる群より選ばれる少 なくとも1種の糖類である。ここで具体的な糖類の例を 挙げると、炭素原子数5個の単糖類としては、アラビノ ース、リボース、キシロース、リキソース、キシルロー ス、リブロースなどがあり、炭素原子数6個の単糖類と してグルコース、ガラクトース、フラクトース、マンノ ース、ソルボース、タロースなどがあり、炭素原子数7 個の単糖類としてアロヘブツロース、セドヘブツロー ス、マンノヘアツロースなどがある。さらに、これらの 単糖類のアルキルグリコシドは、メチル、エチル、プロ 30 ピル、ブチル基などの炭素原子数が1~6個のアルキル 基を有するのが好ましく、直鎖、分岐、飽和、不飽和、 非置換、置換のいずれのアルキルグリコシドでもよい。 このアルキルグリコシドの例を挙げると、メチルアラビ ノシッド、メチルキシロシッド、メチルグルコシド、メ チルガラクトシド、メチルフラクトシド、エチルアラビ ノシッド、エチルキシロシッド、エチルグルコシド、エ チルガラクトシド、エチルフラクトシドなどがある。 【0009】ヘキソース又はペントースからなる二糖類 の例を挙げると、ショ糖、トレハロース、マルトース、 セロビオース、ラクトース、キシロビオース、イソマル トース、ゲンチビオース、メリビオース、プランテオビ オース、ルチノース、プリメベロース、ビシアノース、 ニゲロース、ラミナリビオース、ツラノース、コージビ オース、ソホロースなどがある。また、これら二糖類の アルキルグリコシドのアルキルグリコシドは、メチル、 エチル、プロピル、ブチル基などの炭素原子数が1~6 個のアルキル基を有するものが好ましく、直鎖、分岐、 飽和、不飽和、非置換、置換のいずれのアルキルグリコ

リスリトール、リビトール、キシリトール、アリトール、ソルビトール、マンニトール、ガラクチトール、マルチトール、ラクチトールなどがあり、またその誘導体としてはソルビタン、ソルバイド、マルチタンなどがある。本発明ではこれらの糖類を単独で、又は2種以上を組合わせて用いることができる。

4

【0010】本発明における反応時の糖類と脂肪酸化合 物との混合比は、糖類1モルに対し脂肪酸化合物0.1~ 100モルの範囲で適宜選択できるが、好ましくは0.1 ~10モル、特に好ましくは1~5モルの範囲である。 また、糖類の水溶液濃度は1~99%の範囲で適宜選択 できるが、好ましくは20~90%、特に好ましくは4 0~70%の範囲である。さらに本発明で用いるリパー ゼは、従来この種の反応に用いられているものを特に制 限なく使用できる。例えば、豚膵臓リパーゼ、キャンデ ィダ属由来の酵母リパーゼ、アスペルギルス属、ムコー ル属等のカビリパーゼ、シュードモナス属等の細菌リパ ーゼなどであり、さらに該リパーゼを遺伝子操作等で改 変したものも含まれる。なお、本発明で用いる、中性耐 熱性リパーゼとは、リパーゼ粉末50mgを0.4m1の リン酸パッファー (0.1M、pH7) に溶解し、70℃ で30分間加熱した後の残存活性が40%以上、好まし くは80%以上、さらに好ましくは95%以上の耐熱性 を有し、加水分解活性がp H5.0~10.0、より好まし くはp H5.5~9.5の範囲で最大値を示すものである。 このような耐熱性リパーゼとしてはキャンディダ・アン タークティカ(Candida antarctica)由来の耐熱性リパー ゼ、ムコール・マイハイ(Mucor miehei)由来の耐熱性リ パーゼなどがある。

【0011】なお、これらのリパーゼは精製酵素でも粗 酵素でもよい。その固定化方法も担体結合法、架橋法、 包括法のうちいずれの方法でもよいが、特に担体結合法 が活性発現などの点からも好ましい。固定化担体の例を 挙げると、活性炭、多孔性ガラス、酸性白土、漂白土、 カオリナイト、アルミナ、シリカゲル、ベントナイト、 ヒドロキシアパタイト、リン酸カルシウム、金属酸化物 等の無機物質、デンプン、グルテン等の天然高分子、ボ リエチレン、ポリプロピレン、フェノールフォルムアル デヒド樹脂、アクリル樹脂、アニオン交換樹脂、カチオ ン交換樹脂などの合成高分子などがある。本発明ではこ の担体として多孔性の合成高分子、例えば、多孔性ポリ エチレン、多孔性ポリスチレン、多孔性ポリプロピレ ン、多孔性フェノールフォルムアルデヒド樹脂、多孔性 アクリル樹脂などの使用が好ましい。本発明における反 応時の固定化リパーゼの使用量は適宜選択でき制限はな いが、上記糖類100重量部に対し、0.1~10000 重量部、好ましくは1~2000重量部の範囲とするの が適当である。

飽和、不飽和、非置換、置換のいずれのアルキルグリコ 【0012】本発明で用いる有機溶媒は、表1に示すよ シドでもよい。また、糖アルコールの例を挙げると、エ 50 うに、沸点が水の沸点以上、すなわち100℃以上であ

り、20℃における水の溶解度が1%以上、15%未満 のものが良く、特に5%以上、15%未満のものが良 い。このように水の溶解度を規定するのは、1%未満で は糖類の水溶液を供給した場合、水の系外への除去が充 分に行われず、糖類が水分を保持した状態で凝集し、水 分は液滴となって系中に存在するため、エステル化反応 は進行し難くなるからであり、溶解度が15%以上ある と親水性溶媒の作用により酵素の失活が著しくなり短時 間で活性がなくなり、安定性が期待できない傾向が生じ るからである。本発明の条件を満たす溶媒の例を挙げる 10 と、1-ペンタノール、2-ペンタノール、2-メチル -1-ブタノール、2-メチル-1-ペンタノール、1 ーヘプタノール、2ーヘプタノール、2ーエチルー1-ヘキサノールなどのアルコール類、2-ペンタノン、3 ーペンタノン、2ーヘキサノン、メチルイソブチルケト ン、2-ヘプタノン、メシチルオキシド、シクロヘキサ ノン、メチルシクロヘキサノンなどのケトン類、ニトロ メタン、プロピオニトリル、アニリン、ロートルイジ ン、ピロールなどがある。本発明ではこれらの溶媒を単 独で、又は2種以上を組合わせて用いることができる。 【0013】前記溶媒を用い、反応系内の圧力を、エス テル反応温度における有機溶媒の蒸気圧より10mllg高 い圧力以下とする。これにより有機溶媒中の水分濃度を 容易に、200-5000ppm に維持でき、リパーゼの 必須水分が保たれ安定な酵素活性が確保できる。有機溶 媒は、原料やリパーゼが反応槽中を移動循環して反応が 促進される程度に使用するのがよく、特に制限はない が、例えば反応系の1~99% (W/W)、特に10~ 95% (W/W) 程度用いるのが好ましい。 なお、本発 明におけるエステル生成反応は低温でも進行するが、反 30 応速度を高めるために反応温度は40~90℃、好まし くは50~90℃の範囲がよい。当該反応温度において も耐熱性固定化リパーゼを用いることで酵素の失活等を 回避し、効率的な反応を維持することができる。

*【0014】本発明における脂肪酸エステル製造は次の ように行うことができる。例えば、固定化リパーゼをカ ラムに充填し、これに原料溶液及び有機溶媒を供給し反 応させる充填カラム式、攪拌槽を用いた四分方式、撹拌 槽中で酵素と原料を反応させ、これに原料又は原料溶液 及び有機溶媒を個別あるいは混合して連続的に系内に供 給し反応させる連続撹拌槽式があり、いずれの方式を採 用しても反応を行うことができる。さらに、上記反応方 式は反応槽1槽でも多段連続でもいずれの方式でも行う ことができる。また、本発明の酵素反応では水又は炭素 原子数1~3個の低級アルコールが副生するが反応を効 率的に進めるためにはこの副生物を除去する必要があ る。これらの副生物を除去する方法としては、例えばゼ オライト、モレキュラーシーブス、ぼう硝などを用いる 吸着除去方法、乾燥空気や不活性ガスを反応槽中に通気 し、気体中に蒸発除去する方法、又は反応器内を減圧し 蒸発させて反応系外に排出する方法などあるり、特に反 応器内を減圧し蒸発させて反応系外に排出する方法が好 ましい。このときの圧力は、反応温度における使用溶媒 の蒸気圧よりも10mlg高い圧力以下とするのがよい。 なお、反応終了後は通常の方法で反応生成物中から糖類 の脂肪酸エステルを分離・採取することができる。この ようにして得られた糖類の脂肪酸エステルは優れた界面 活性剤であり、家庭品、香粧品、化粧品、食品、医薬品 等の広範な分野に洗浄剤、乳化剤などとして使用するこ とができる。

6

[0015]

【発明の効果】本発明の方法により、リバーゼを用いた 連続反応により、糖類の脂肪酸エステルを安定的にかつ 高い反応率で製造することができる。以下、実施例と比 較例を示して本発明を具体的に説明するが、下記実施例 は、本発明の範囲を制限するものではない。

【0016】 【表1】

溶媒の水溶解度及び沸点

| _ 溶媒名 | 水溶解度(20 ℃) | _沸点 (℃) | |
|-----------------|------------|---------|--|
| 1-ペンタノール | 7.2(30℃) | 138 | |
| 2-ペンタノール | 8.8(30°C) | 119 | |
| 2-メチル-1- ブタノール | 8.3 | 128 | |
| 2-メチルー1- ペンタノール | 5.4 | 148 | |
| 1-ヘプタノール | 5.1 | 176 | |
| 2~ヘプタノール | 5.8 | 160 | |
| 2-エチルー1-ヘキサノール | 2.6 | 184 | |
| 2-ヘキサノン | 2.1 | 127 | |
| メチルイソブチルケドン | 1.9 | 115 | |
| 2-ヘプタノン | 1.4 | 150 | |
| メシチルオキシド | 2.9 | 129 | |
| シクロヘキサノン | 9.5 | 155 | |
| メチルシクロヘキサノン | 3.0 | 169 | |
| ニトロメタン | 2.2 | 101 | |

| 7 . | | | |
|-----------------|-----|-----|----|
| アニリン | 3.5 | 184 | |
| ∽トルイジン ' | 1.7 | 200 | ٠. |
| ピロール | 8.0 | 129 | |

| 上較溶媒 | 水溶解度(20 ℃) | 沸点 (℃) |
|----------------|------------|--------|
| 4-ヘプタノン | 0.9 | 144 |
| N,N-ジメチルホルムアミド | ∞ | 153 |

[0017]

【表2】シクロヘキサノン蒸気圧

| 温度 (℃) | 蒸気圧(mmHg) |
|--------|-----------|
| 40 | 11 |
| 50 | 18 |
| 60 | 28 |
| 70 | 45 . |
| 80 | 68 |

[0018]

【実施例】1000ml容量の角形四ツロフラスコを用い た攪拌槽型反応装置にキャンディダ・アンタークティカ (Candida antarctica)由来の中性耐熱性固定化リパーゼ Novozym 4356.0g、カプリン酸メチル59g、シク 20 ロヘキサノン574gを仕込み、反応温度70℃、圧力 40mllg、規拌速度300rpm の条件下で各原料貯槽か ら50%メチルグルコシド水溶液を0.35g/分、カプリ ン酸メチルを0.25g/分、シクロヘキサノンを2.40g/ 分の速度で反応槽に供給し、同時に留出液、反応液を連 続的に抜き出す方法で反応を行った。経時的にサンプリ ングをし、反応液0.1㎡をスクリュー管にとり、ピリジ ン0.2ml 、内部標準物質としてn-ドコサン50µlを 加え、さらに無水酢酸0.4回を加え、80℃で30分間 反応させた。反応液1μ1をガスクロマトグラフィーに 30 より分析し、メチルグルコシドカプリン酸エステルの生 成量を測定し、次式のように反応率を算出し、結果を表 3に示した。また、反応液の水分濃度をカールフィッシ ャー水分計で測定し併せて表に示した。

反応率 (%) = a/b×100

a: 生成した糖類の脂肪酸エステルのモル数

* b: 残存糖原料のモル数+生成した糖類の脂肪酸エステルのモル数

8

10 【0019】(実施例2)糖原料をエチルグルコシドとしその他の条件を実施例1と同様とし、エチルグルコシドカプリン酸エステルの製造を行った。結果を表3に示した。

(実施例3) 糖原料をソルビトール: ソルビタン: ソルバイド(重量比0.5:1.5:8) のものを使用し、その他の条件を実施例1と同様にして、ソルビタン混合物とカプリン酸のエステルの製造を行った。結果を表3に示した。

(実施例4)脂肪酸化合物をオレイン酸メチルとしその他の条件を実施例1と同様とし、メチルグルコシドオレイン酸エステルの製造を行った。結果を表3に示した。(実施例5)リパーゼをムコール・ミーハイ(Mucor miehei)由来の中性耐熱性固定化リパーゼLipozymeを使用し、その他の条件を実施例1と同様とし、メチルグルコシドカプリン酸エステルの製造を行った。結果を表3に示した。

(比較例1) 有機溶媒に4-ヘプタノンを使用し、その他の条件を実施例1と同様とし、メチルグルコシドカプリン酸エステルの製造を行った。結果を表3に示した。 (比較例2) 有機溶媒にN, N-ジメチルホルムアミドを使用し、その他の条件を実施例1と同様とし、メチルグルコシドカプリン酸エステルの製造を行った。結果を表3に示した。

[0020]

【表3】

| 実施例 | | 反応率 | ₹(%) | 水 | 分(ррг | n) |
|------|----|-----|-------------|----------|-------|------|
| (時間) | 2 | 10 | 50 | 2 | 10 | 50 |
| 実施例1 | 60 | 92 | 93 | 2500 | 2900 | 2600 |
| 2 | 62 | 93 | 91 | 3100 | 2900 | 2800 |
| 3 | 54 | 86 | 90 | 3400 | 3800 | 3000 |
| 4 | 59 | 90 | 92 | 4000 | 3500 | 3100 |
| 5 | 56 | 87 | 88 | 4100 | 4000 | 3900 |
| 比較例1 | 20 | 15 | 2 | 水滴分散 | 7000 | 8000 |
| 2 | 0 | 0 | 0 | 300 | 200 | 200 |

【0021】(実施例6)実施例1で反応した酵素を回 ※ 収し、回収酵素100mgにメチルグルコシド1g(5.1m M)、カプリン酸メチル2.85g(15.3mM)を30ml用容の共栓付き三角フラスコに取り、これにピリジン2ml※50

※加え、70℃で10分間反応し、初速度を測定し、以下 の式に従い残存活性を求めた。結果を表4に示した。

残存活性 (%) = c / d×100 · c : 反応後酵素 100 m gの活性

9

d:未使用酵素100mgの活性

(比較例3) キャンディダ・アンタークティカ(Candida antarctica)由来の中性耐熱性固定化リパーゼ100mg,メチルグルコシド1g(5.1mm)、カプリン酸メチル2.85g(15.3mm)、モレキュラー・シーブス5A5gを30ml用容の共栓付き三角フラスコに取り、これにピリジン2ml加え、70℃で10時間反応した。反応終了後反応液を抜き取り、新たな反応液を加え繰り返し反応*

*を10時間単位で5回繰り返した。反応後、酵素を回収し、これにメチルグルコシド1g(5.1mm)、カプリン酸メチル2.85g(15.3mm)を30ml用容の共栓付き三角フラスコに取り、これにピリジン2ml加え、70℃で10分間反応し、初速度を測定し、残存活性を求めた。結果を表4に示した。

10

【0022】 【表4】

| | 実施例6 | 比較例3 | |
|---------|------------|-------------|--|
| | 反応50時間後の活性 | 回分反応5回,反応50 | |
| | | 時間後の活性 | |
| 残存活性(%) | 93 | 30 | |

フロントページの続き

(72)発明者 近藤 房男

東京都墨田区本所1丁目3番7号 ライオン株式会社内

DERWENT- 1998-003024

ACC-NO:

DERWENT- 199801

WEEK:

COPYRIGHT 2007 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Preparation of a sugar fatty acid ester - comprises

reacting fatty acid with sugar in vacuo in organic solvent

system containing water and using immobilised lipase

PATENT-ASSIGNEE: LION CORP[LIOY]

PRIORITY-DATA: 1996JP-0082398 (April 4, 1996)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO PUB-DATE LANGUAGE PAGES MAIN-IPC

JP 09271387 A October 21, 1997 N/A 006 C12P 007/62

APPLICATION-DATA:

PUB-NO APPL-DESCRIPTOR APPL-NO APPL-DATE

JP 09271387A N/A 1996JP-0082398 April 4, 1996

INT-CL (IPC): C07H013/06, C12P007/62 , C12P019/44

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 09271387A

BASIC-ABSTRACT:

Preparation of a sugar fatty acid ester comprises reacting at least 1 fatty acid compound selected from a 6-12C fatty acid or an ester of the fatty acid with a 1-3C lower alcohol, with at least 1 sugar selected from a 5-7C monosaccharide, an alkylglycoside of the monosaccharide, a disaccharide consisting of hexose and pentose, an alkylglycoside of the disaccharide. a 4-12C sugar alcohol and a sugar alcohol derivative in vacuo in an organic solvent system containing 500-5000 ppm water by using a neutral heat-resistant immobilised lipase.

5/23/2007, EAST Version: 2.1.0.14

ADVANTAGE - Sugar fatty acid ester is stably prepared at a high reaction rate. In an example, 6.0 g of a neutral heat-resistant immobilised lipase originated from Candida antarctica, Novozym, 59 g methyl caprate and 574 g cyclohexanone were fed in a 1000 ml flask and 50 % aqueous methyl glucoside solution, methyl glucoside and cyclohexanone were supplied to it respectively at a rate of 0.35 g/minute, 0.25 g/minute and 2.40 g/minute at 70 deg. C under 40 mmHg pressure. The distillate and the reaction liquor were discharged continuously. The amount of methyl glucoside caproate formed was measured. The reaction rate was 93 % after 50 hours.

CHOSEN-

Dwq.0/0

DRAWING:

TERMS:

TITLE-

PREPARATION SUGAR FATTY ACID ESTER COMPRISE REACT FATTY ACID SUGAR VACUUM ORGANIC SOLVENT SYSTEM CONTAIN WATER

IMMOBILISE LIPASE

DERWENT-CLASS: D16 E13

CPI-CODES: D05-A01A5; D05-A01B3; E07-A02A; E07-A02D; E07-A02H; E10-A07;

CHEMICAL-CODES:

Chemical Indexing M3 *01* Fragmentation Code F012 F013 F014 F015 F016 F113 F123 H401 H402 H403 H404 H421 H422 H423 H481 H521 H714 H721 H722 H723 J0 J011 J012 J013 J014 J2 J221 J222 J271 K0 K910 L8 L810 L814 L821 L831 M210 M211 M212 M213 M214 M215 M216 M220 M221 M222 M223 M224 M225 M226 M231 M232 M233 M262 M272 M281 M282 M283 M311 M321 M342 M373 M391 M413 M510 M521 M530 M540 M720 M782 M903 M904 N134 N209 N241 N262 N309 N341 N425 N513 N520 Q233 Markush Compounds 199801-A9501-M 199801-A9501-P

Chemical Indexing M3 *02* Fragmentation Code F012 F013 F014 F015 F016 F019 F113 F123 F199 H401 H402 H403 H404 H405 H421 H422 H423 H424 H481 H482 H5 H522 H714 H721 H722 H723 H8 J0 J011 J012 J013 J014 J2 J221 J222 J271 J272 K0 L8 L810 L814 L819 L822 L831 M1 M126 M141 M210 M211 M212 M213 M214 M215 M216 M220 M221 M222 M223 M224 M225 M226 M231 M232 M233 M262 M272 M281 M282 M283 M311 M322 M342 M373 M392 M413 M510 M522 M530 M540 M720 M782 M903 M904 N134 N209 N241 N262 N309 N341 N425 N513 N520 Q233 Markush Compounds 199801-A9502-M 199801-A9502-P

Chemical Indexing M3 *03* Fragmentation Code F012 F013 F014 F015 F016 F019 F113 F123 F199 H401 H402 H403 H404 H405 H421 H422 H423 H424 H481 H482 H5 H521 H714 H721 H722 H723 H8 J0 J011 J012 J013 J014 J2 J221 J222 J271 J272 K0 L8 L810 L814 L819 L822 L831 M1 M126 M141 M210 M211 M212 M213 M214 M215 M216 M220 M221 M222 M223 M224 M225 M226

M231 M232 M233 M262 M281 M282 M283 M311 M322 M342 M373 M392 M413 M510 M522 M530 M540 M720 M782 M903 M904 N134 N209 N241 N262 N309 N341 N425 N513 N520 Q233 Markush Compounds 199801-A9503-M 199801-A9503-P

Chemical Indexing M3 *04* Fragmentation Code H401 H402 H403 H404 H405 H481 H482 H483 H484 H714 H721 H722 H723 J0 J011 J012 J013 J014 J2 J271 J272 J273 K0 L8 L810 L814 L821 L833 M210 M211 M212 M213 M214 M215 M216 M220 M221 M222 M223 M224 M225 M226 M231 M232 M233 M262 M281 M282 M283 M314 M315 M316 M321 M332 M334 M344 M383 M391 M416 M620 M720 M782 M903 M904 N134 N209 N241 N262 N309 N341 N425 N513 N520 Q233 Markush Compounds 199801-A9504-M 199801-A9504-P

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: C1998-001221

5/23/2007, EAST Version: 2.1.0.14